

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)



(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: 0 415 887 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 90810637.0

(51) Int. Cl.⁵: C07D 307/83, C07D 407/04,
C08K 5/15

(22) Anmeldetag: 22.08.90

(30) Priorität: 31.08.89 CH 3153/89

CH-4002 Basel(CH)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.03.91 Patentblatt 91/10

(72) Erfinder: Dubs, Paul, Dr.

Route du Confin 14

CH-1723 Marly(CH)

Erfinder: Pitteloud, Rita, Dr.

Sur le Village

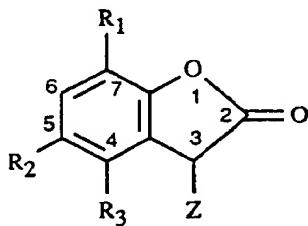
CH-1724 Praroman(CH)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE ES FR GB IT NL SE

(71) Anmelder: CIBA-GEIGY AG
Klybeckstrasse 141

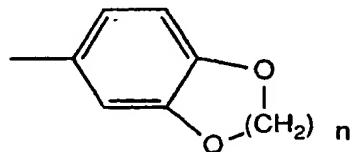
(54) 3-Phenylbenzofuran-2-one.

(57) Die neuen Verbindungen der Formel I



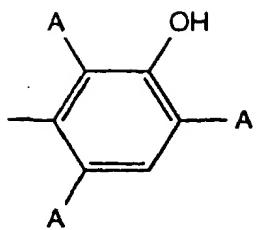
(I),

worin R₁ C₁₃-C₂₀-Alkyl bedeutet, R₂ Wasserstoff, C₁-C₁₀-Alkyl, C₅-C₁₂-Cycloalkyl, durch C₁-C₄-Alkyl substituiertes C₅-C₇-Cycloalkyl, Phenyl oder C₇-C₁₂-Phenylalkyl ist, R₃ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeutet und Z Phenyl, durch C₁-C₈-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder Chlor substituiertes Phenyl, eine Gruppe



mit n gleich 1 oder 2 oder eine Gruppe

EP 0 415 887 A2



ist, worin die Reste A unabhängig voneinander C₁-C₈-Alkyl, Methoxy oder Ethoxy bedeuten, eignen sich zum Stabilisieren von organischem Material gegen oxidativen, thermischen und aktinischen Abbau.

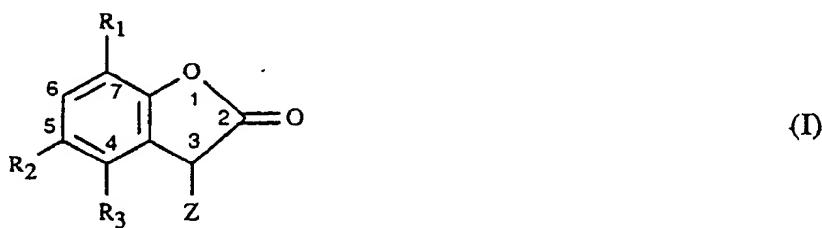
3-PHENYLBENZOFURAN-2-ONE

Die vorliegende Erfindung betrifft neue 3-Phenylbenzofuran-2-one, das mit deren Hilfe gegen thermischen, oxidativen und aktinischen Abbau stabilisierte organische Material sowie die Verwendung dieser Verbindungen zum Stabilisieren von organischen Materialien.

Die Verwendung von einigen Benzofuran-2-onen als Stabilisatoren für organische Polymere ist aus der 5 GB-A-2 042 562 oder der BE-A-881 496 sowie den Derwent Referaten 86-207 397/32, 86-214 695/33 und der Research Disclosure 288,28888 (1988) bekannt. In der US T 904003 werden einige Benzofuran-2-one und ihre Verwendung in der Farbphotographie beschrieben.

Die vorliegende Erfindung betrifft Verbindungen der Formel I,

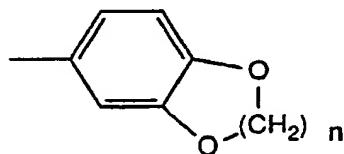
10



15

worin R_1 C_{13} - C_{30} -Alkyl bedeutet, R_2 Wasserstoff, C_1 - C_{10} -Alkyl, C_5 - C_{12} -Cycloalkyl, durch C_1 - C_4 -Alkyl 20 substituiertes C_5 - C_7 -Cycloalkyl, Phenyl oder C_7 - C_{12} -Phenylalkyl ist, R_3 Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl bedeutet und Z Phenyl, durch C_1 - C_8 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy oder Chlor substituiertes Phenyl, eine Gruppe

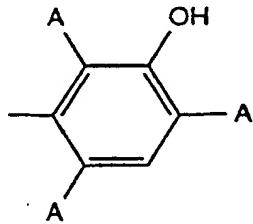
25



30

mit n gleich 1 oder 2 oder eine Gruppe

35



40

ist, worin die Reste A unabhängig voneinander C_1 - C_8 -Alkyl, Methoxy oder Ethoxy bedeuten.

Beispiele für R_1 als C_{13} - C_{30} -Alkyl, bevorzugt C_{13} - C_{20} -Alkyl, sind Tridecyl, Tetradecyl, Pentadecyl, Hexadecyl, Heptadecyl, Octadecyl, Nonadecyl und Icosyl. Bevorzugt sind solche Alkylreste, die in 1-Stellung verzweigt sind, insbesondere 1-(C_{12} - C_{16} -Alkyl)ethyl, zum Beispiel 1-Dodecylethyl, 1-Tridecylethyl, 1-Tetradecylethyl, 1-Pentadecylethyl und 1-Hexadecylethyl. Besonders bevorzugt sind 1-Dodecylethyl und 1-Hexadecylethyl.

Beispiele für R_2 als C_1 - C_{10} -Alkyl sind Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl, Nonyl und Decyl. Eine bevorzugte Bedeutung von R_2 ist C_1 - C_4 -Alkyl, insbesondere Methyl und tert-Butyl.

Beispiele für R_2 als C_5 - C_{12} -Cycloalkyl sind Cyclopentyl, Cyclohexyl, Cycloheptyl, Cyclooctyl, Cyclononyl, Cyclodecyl, Cycloundecyl oder Cyclododecyl. C_5 - C_7 -Cycloalkyl, insbesondere Cyclohexyl, ist eine weitere bevorzugte Bedeutung von R_2 .

Beispiele für R_2 als C_5 - C_7 -Cycloalkyl, welches durch C_1 - C_4 -Alkyl substituiert ist, sind Methylcyclohexyl und tert-Butylcyclohexyl.

Beispiele für R_2 als C_7 - C_{12} -Phenylalkyl sind Benzyl und 2-Phenylethyl.

Beispiele für R₃ als C₁-C₄-Alkyl sind Methyl, Ethyl, Propyl und Butyl. Eine bevorzugte Bedeutung von R₃ ist Methyl.

Beispiele für Z als substituiertes Phenyl sind

o-, *m*- oder *p*-Methylphenyl, *o*-, *m*- oder *p*-Ethylphenyl, *o*-, *m*- oder *p*-Butylphenyl, *o*-, *m*-oder *p*-Methoxyphenyl, *o*-, *m*- oder *p*-Ethoxyphenyl, *o*-, *m*- oder *p*-Chlorphenyl und 2,4,6-Trimethyl-5-hydroxyphenyl.

Bevorzugt ist Z Phenyl.

Bevorzugt sind Verbindungen der Formel I, worin R₁ C₁₃-C₂₀-Alkyl bedeutet und Z Phenyl ist.

Bevorzugt sind auch Verbindungen der Formel I, worin R₁ C₁₄-C₁₈-Alkyl ist.

Ebenfalls bevorzugt sind Verbindungen der Formel I, worin R₂ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, Cyclohexyl,

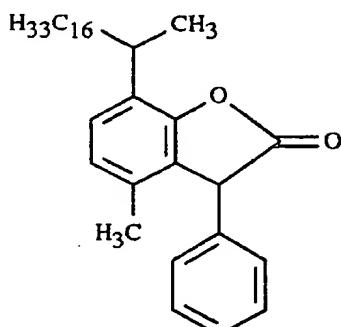
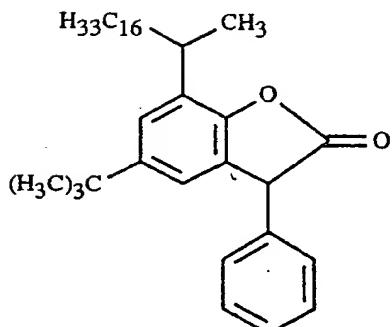
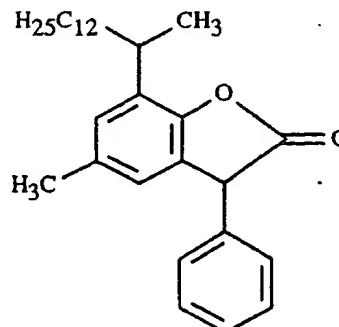
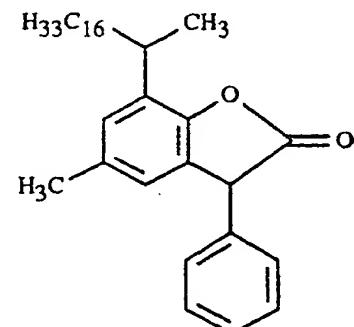
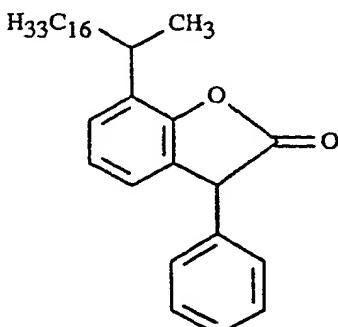
10 Phenyl oder Benzyl bedeutet.

Weiterhin bevorzugt sind Verbindungen der Formel I, worin R₂ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeutet.

R_3 bedeutet besonders bevorzugt Wasserstoff oder Methyl.

Von besonderem Interesse sind Verbindungen der Formel I, worin R₁ C₁₄-C₁₈-Alkyl ist und R₂ und R₃ unabhängig voneinander Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeuten.

15 Bevorzugte Beispiele für Verbindungen der Formel I sind:



45 Eine besonders bevorzugte Verbindung der Formel I ist 3-Phenyl-5-methyl-7-(1'-dodecylethyl)-benzofuran-2-on.

Die Verbindungen der Formel I eignen sich zum Stabilisieren von organischen Materialien gegen thermischen, oxidativen oder aktinischen Abbau.

Beispiele für derartige Materialien sind:

50 1. Polymere von Mono- und Diolefinen, beispielsweise Polypropylen, Polymethylpenten-1, Polymethylpenten-1, Polyisopren oder Polybutadien sowie Polymerisate von Cycloolefinen wie z.B. von Cyclopenten oder Norbornen; ferner Polyethylen (das gegebenenfalls vernetzt sein kann), z.B. Polyethylen hoher Dichte (HDPE), Polyethylen niederer Dichte (LDPE), lineares Polyethylen niederer Dichte (LLDPE).

55 2. Mischungen der unter 1) genannten Polymeren, z.B. Mischungen von Polypropylen mit Polymethylbenzyliden, Polypropylen mit Polyethylen (z.B. PP/HDPE, PP/LDPE) und Mischungen verschiedener Polyethylenarten (z.B. LDPE/HDPE).

3. Copolymeren von Mono- und Diolefinen untereinander oder mit anderen Vinylmonomeren, wie z.B.

Ethylen-Propylen-Copolymere, lineares Polyethylen niederer Dichte (LLDPE) und Mischungen desselben mit Polyethylen niederer Dichte (LDPE), Propylen-Buten-1-Copolymere, Propylen-Isobutylen-Copolymere, Ethylen-Buten-1-Copolymere, Ethylen-Hexen-Copolymere, Ethylen-Methylpenten-Copolymere, Ethylen-Hepten-Copolymere, Ethylen-Octen-Copolymere, Propylen-Butadien-Copolymere, Isobutylen-
 5 Isopren-Copolymere, Ethylen-Alkylacrylat-Copolymere, Ethylen-Alkylmethacrylat-Copolymere, Ethylen-Vinylacetat-Copolymere oder Ethylen-Acrylicsäure-Copolymere und deren Salze (Ionomere), sowie Terpolymere von Ethylen mit Propylen und einem Dien, wie Hexadien, Dicyclopentadien oder Ethylidennorbornen; ferner Mischungen solcher Copolymeren untereinander und mit unter 1) genannten Polymeren, z.B.
 10 Polypropylen/Ethylen-Propylen-Copolymere, LDPE/Ethylen-Vinylacetat-Copolymere, LDPE/Ethylen-Acrylicsäure-Copolymere, LLDPE/Ethylen-Vinylacetat-Copolymere und LLDPE/Ethylen-Acrylicsäure-Copolymere.

3a. Statistische oder alternierende Copolymeren aus α -Olefinen und Kohlenmonoxid.
 3b. Kohlenwasserstoffharze (z.B. C₅-C₉) inklusive hydrierte Modifikationen davon (z.B. Klebrigmacherharze).

15 4. Polystyrol, Poly-(p-methylstyrol), Poly-(α -methylstyrol).

5. Copolymeren von Styrol oder α -Methylstyrol mit Dienen oder Acrylderivaten, wie z.B. Styrol-Butadien, Styrol-Acrylnitril, Styrol-Alkylmethacrylat, Styrol-Butadien-Alkylacrylat, Styrol-Maleinsäureanhydrid, Styrol-Acrylnitril-Methylacrylat; Mischungen von hoher Schlagzähigkeit aus Styrol-Copolymeren und einem anderen Polymer, wie z.B. einem Polyacrylat, einem Dien-Polymeren oder einem Ethylen-
 20 Propylen-Dien-Terpolymeren; sowie Block-Copolymeren des Styrols, wie z.B. Styrol-Butadien-Styrol, Styrol-Isopren-Styrol, Styrol-Ethylen/Butylen-Styrol oder Styrol-Ethylen/Propylen-Styrol.

6. Ppropfcopolymere von Styrol oder α -Methylstyrol, wie z.B. Styrol auf Polybutadien, Styrol auf Polybutadien-Styrol- oder Polybutadien-Acrylnitril-Copolymere, Styrol und Acrylnitril (bzw. Methacrylnitril) auf Polybutadien; Styrol, Acrylnitril und Methylmethacrylat auf Polybutadien; Styrol und Maleinsäureanh-
 25 ydrid auf Polybutadien; Styrol, Acrylnitril und Maleinsäureanhydrid oder Maleinsäureimid auf Polybutadien; Styrol und Maleinsäureimid auf Polybutadien, Styrol und Alkylacrylate bzw. Alkylmethacrylate auf Polybutadien, Styrol und Acrylnitril auf Ethylen-Propylen-Dien-Terpolymeren, Styrol und Acrylnitril auf Polyalkylacrylaten oder Polyalkylmethacrylaten, Styrol und Acrylnitril auf Acrylat-Butadien-Copolymeren, sowie deren Mischungen mit den unter 5) genannten Copolymeren, wie sie z.B. als sogenannte ABS-,
 30 MBS-, ASA- oder AES-Polymeren bekannt sind.

7. Halogenhaltige Polymere, wie z.B. Polychloropren, Chlorkautschuk, chloriertes oder chlorsulfonierte Polyethylen, Copolymeren von Ethylen und chloriertem Ethylen, Epichlorhydrinhomo- und -copolymere, insbesondere Polymere aus halogenhaltigen Vinylverbindungen, wie z.B. Polyvinylchlorid, Polyvinyliden-chlorid, Polyvinylfluorid, Polyvinylidenfluorid; sowie deren Copolymeren, wie Vinylchlorid-Vinylidenchlorid, Vinylchlorid-Vinylacetat oder Vinylidenchlorid-Vinylacetat.

35 8. Polymere, die sich von α,β -ungesättigten Säuren und deren Derivaten ableiten, wie Polyacrylate und Polymethacrylate, Polyacrylamide und Polyacrylnitrile.

9. Copolymeren der unter 8) genannten Monomeren untereinander oder mit anderen ungesättigten Monomeren, wie z.B. Acrylnitril-Butadien-Copolymere, Acrylnitril-Alkylacrylat-Copolymere, Acrylnitril-Alkoxyalkylacrylat-Copolymere, Acrylnitril-Vinylhalogenid-Copolymere oder Acrylnitril-Alkylmethacrylat-
 40 Butadien-Terpolymeren.

10. Polymere, die sich von ungesättigten Alkoholen und Aminen bzw. deren Acylderivaten oder Acetalen ableiten, wie Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat, -stearat, -benzoat, -maleat, Polyvinylbutyral, Polyallylphtalat, Polyallylmelamin; sowie deren Copolymeren mit in Punkt 1 genannten Olefinen.

45 11. Homo- und Copolymeren von cyclischen Ethern, wie Polyalkylenglycole, Polyethylenoxyd, Polypropylenoxyd oder deren Copolymeren mit Bisglycidylethern.

12. Polyacetale, wie Polyoxytmethylen, sowie solche Polyoxytmethylene, die Comonomere, wie z.B. Ethylenoxid, enthalten; Polyacetale, die mit termoplastischen Polyurethanen, Acrylaten oder MBS modifiziert sind.

50 13. Polyphenylenoxide und -sulfide und deren Mischungen mit Styrolpolymeren oder Polyamiden.

14. Polyurethane, die sich von Polyethern, Polyester und Polybutadienen mit endständigen Hydroxylgruppen einerseits und aliphatischen oder aromatischen Polyisocyanaten andererseits ableiten, sowie deren Vorprodukte.

55 15. Polyamide und Copolyamide, die sich von Diaminen und Dicarbonsäuren und/oder von Aminocarbon-säuren oder den entsprechenden Lactamen ableiten, wie Polyamid 4, Polyamid 6, Polyamid 6/6, 6/10, 6/9, 6/12, 4/6, Polyamid 11, Polyamid 12, aromatische Polyamide ausgehend von m-Xylool, Diamin und Adipinsäure; Polyamide, hergestellt aus Hexamethylen diamin und Iso- und/oder Terephthalsäure und gegebenenfalls einem Elastomer als Modifikator, z.B. Poly-2,4,4-trimethylhexamethylterephthalamid,

Poly-m-phenylen-isophthalamid. Block-Copolymere der vorstehend genannten Polyamide mit Polyolefinen, Olefin-Copolymeren, Ionomeren oder chemisch gebundenen oder gepropften Elastomeren; oder mit Polyethern, wie z.B. mit Polyethylenglykol, Polypropylenglykol oder Polytetramethylenglykol. Ferner mit EPDM oder ABS modifizierte Polyamide oder Copolyamide; sowie während der Verarbeitung kondensierte Polyamide ("RIM-Polyamidsysteme").

5 16. Polyharnstoffe, Polyimide, Polyamid-imide und Polybenzimidazole.

17. Polyester, die sich von Dicarbonsäuren und Dialkoholen und/oder von Hydroxycarbonsäuren oder den entsprechenden Lactonen ableiten, wie Polyethylenterephthalat, Polybutylenterephthalat, Poly-1,4-dimethylolcyclohexanterephthalat, Polyhydroxybenzoate, sowie Block-Polyether-ester, die sich von Polyethern mit Hydroxylendgruppen ableiten; ferner mit Polycarbonaten oder MBS modifizierte Polyester.

10 18. Polycarbonate und Polyestercarbonate.

19. Polysulfone, Polyethersulfone und Polyetherketone.

20 20. Vernetzte Polymere, die sich von Aldehyden einerseits und Phenolen, Harnstoff oder Melamin andererseits ableiten, wie Phenol-Formaldehyd-, Harnstoff-Formaldehyd- und Melamin-Formaldehydharze.

15 21. Trocknende und nicht-trocknende Alkydharze.

22. Ungesättigte Polyesterharze, die sich von Copolyestern gesättigter und ungesättigter Dicarbonsäuren mit mehrwertigen Alkoholen, sowie Vinylverbindungen als Vernetzungsmittel ableiten, wie auch deren halogenhaltige, schwerbrennbare Modifikationen.

20 23. Vernetzbare Acrylharze, die sich von substituierten Acrylsäureestern ableiten, wie z.B. von Epoxy-acrylaten, Urethan-acrylaten oder Polyester-acrylaten.

24. Alkydharze, Polyesterharze und Acrylatharze, die mit Melaminharzen, Harnstoffharzen, Polyisocyanaten oder Epoxidharzen vernetzt sind.

25 25. Vernetzte Epoxidharze, die sich von Polyepoxiden ableiten, z.B. von Bis-glycidylethern oder von cycloaliphatischen Diepoxiden.

26. Natürliche Polymere, wie Cellulose, Naturkautschuk, Gelatine, sowie deren polymerhomolog chemisch abgewandelte Derivate, wie Celluloseacetate, -propionate und -butyrate, bzw. die Celluloseether, wie Methylcellulose; sowie Kolophoniumharze und Derivate.

30 27. Mischungen (Polyblends) der vorgenannten Polymeren, wie z.B. PP/EPDM, Polyamid/EPDM oder ABS, PVC/EVA, PVC/ABS, PVC/MBS, PC/ABS, PBTP/ABS, PC/ASA, PC/PBT, PVC/CPE, PVC/Acrylate, POM/thermoplastisches PUR, PC/thermoplastisches PUR, POM/Acrylat, POM/MBS, PPO/HIPS, PPO/PA 6.6 und Copolymeren, PA/HDPE, PA/PP, PA/PPO.

Weitere Gegenstände der Erfindung sind daher Zusammensetzungen enthaltend ein gegen oxidativen, thermischen oder aktinischen Abbau empfindliches organisches Material und mindestens eine Verbindung der Formel I, sowie die Verwendung von Verbindungen der Formel I zum Stabilisieren von organischem Material gegen oxidativen, thermischen oder aktinischen Abbau.

Bevorzogene organische Materialien sind Polymere, z.B. synthetische Polymere oder thermoplastische Polymere. Besonders bevorzugte organische Materialien sind Polyolefine, z.B. Polypropylen oder Polyethylen.

40 Im allgemeinen werden die Verbindungen der Formel I dem zu stabilisierenden Material in Mengen von 0,01 bis 10 %, bevorzugt 0,01 bis 5 %, insbesondere 0,01 bis 2 %, bezogen auf das Gesamtgewicht des zu stabilisierenden Materials, zugesetzt.

Neben den Verbindungen der Formel I können die erfindungsgemässen Zusammensetzungen zusätzlich herkömmliche Additive enthalten, wie beispielsweise die unten angegebenen.

45 1. Antioxidantien

1.1. Alkylierte Monophenole, z.B. 2,6-Di-tert.butyl-4-methylphenol, 2-Tert.butyl-4,6-dimethylphenol, 2,6-Di-tert.butyl-4-ethylphenol, 2,6-Di-tert.butyl-4-n-butylphenol, 2,6-Di-tert.butyl-4-i-butylphenol, 2,6-Di-cyclopentyl-4-methylphenol, 2-(α -Methylcyclohexyl)-4,6-dimethylphenol, 2,6-Di-octadecyl-4-methylphenol, 2,4,6-Tri-cyclohexylphenol, 2,6-Di-tert.-butyl-4-methoxymethylphenol, 2,6-Di-nonyl-4-methylphenol.

1.2. Alkylierte Hydrochinone, z.B. 2,6-Di-tert.butyl-4-methoxyphenol, 2,5-Di-tert.butylhydrochinon, 2,5-Di-tert.amyl-hydrochinon, 2,6-Diphenyl-4-octadecyloxyphenol.

1.3. Hydroxylierte Thiodiphenylether, z.B. 2,2'-Thio-bis-(6-tert.butyl-4-methylphenol), 2,2'-Thio-bis-(4-oc-tylphenol), 4,4'-Thio-bis-(6-tert.-butyl-3-methylphenol), 4,4'-Thio-bis-(6-tert.butyl-2-methylphenol).

55 1.4. Alkyliden-Bisphenole, z.B. 2,2'-Methylen-bis-(6-tert.butyl-4-methylphenol), 2,2'-Methylen-bis-(6-tert.butyl-4-ethylphenol), 2,2'-Methylen-bis-[4-methyl-6-(α -methylcyclohexyl)-phenol], 2,2'-Methylen-bis-(4-methyl-6-cyclohexylphenol), 2,2'-Methylen-bis-(6-nonyl-4-methylphenol), 2,2'-Methylen-bis-(4,6-di-tert.butylphenol), 2,2'-Ethyliden-bis-(4,6-di-tert.butylphenol), 2,2'-Ethyliden-bis-(6-tert.butyl-4-isobutylphe-

nol), 2,2'-Methylen-bis-[6-(α -methylbenzyl)-4-nonylphenol], 2,2'-Methylen-bis-[6-(α,α -dimethylbenzyl)-4-nonylphenol], 4,4'-Methylen-bis-(2,6-di-tert.butylphenol), 4,4'-Methylen-bis-(6-tert.butyl-2-methylphenol), 1,1-Bis-(5-tert.butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)-butan, 2,6-Bis-(3-tert.butyl-5-methyl-2-hydroxybenzyl)-4-methylphenol, 1,1,3-Tris-(5-tert.butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)-butan, 1,1-Bis-(5-tert.butyl-4-hydroxy-2-methyl-phenyl)-3-n-dodecylmercaptobutan, Ethylenglycol-bis-[3,3-bis-(3'-tert.-butyl-4'-hydroxyphenyl)-butyrat], Bis-(3-tert.butyl-4-hydroxy-5-methyl-phenyl)-dicyclopentadien, Bis-[2-(3'-tert.butyl-2'-hydroxy-5-methyl-benzyl)-6-tert.butyl-4-methyl-phenyl]-terephthalat.

5 1.5 Benzylverbindungen, z.B. 1,3,5-Tris-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxy-benzyl)-2,4,6-trimethylbenzol, Bis-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxybenzyl)-sulfid, 3,5-Di-tert.butyl-4-hydroxybenzyl-mercaptoessigsäure-isooctylester, Bis-(4-tert.butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)dithiol-terephthalat, 1,3,5-Tris-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxybenzyl)-isocyanurat, 1,3,5-Tris-(4-tert.butyl-3-hydroxy-2,6-dimethylbenzyl)-isocyanurat, 3,5-Di-tert.butyl-4-hydroxybenzyl-phosphonsäure-dioctadecylester, Ca-Salz des 3,5-Di-tert.butyl-4-hydroxybenzyl-phosphonsäure-monoethylester, 1,3,5-Tris-(3,5-dicyclohexyl-4-hydroxybenzyl)-isocyanurat.

10 15. Acylaminophenole, z.B. 4-Hydroxy-laurinsäureanilid, 4-Hydroxystearinsäureanilid, 2,4-Bis(octylmercapto)-6-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyanilino)-s-triazin, N-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-carbaminsäureoctylester.

15 16. Ester der β -(3,5-Di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-propionsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, wie z.B. mit Methanol, Octa-decanol, 1,6-Hexandiol, Neopentylglycol, Thiodiethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Pentaerythrit, Tris-(hydroxyethyl)-isocyanurat, N,N'-Bis-(hydroxyethyl)-oxalsäurediamid.

20 17. Ester der β -(5-tert.Butyl-4-hydroxy-3-methylphenyl)-propionsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, wie z.B. mit Methanol, Octadecanol, 1,6-Hexandiol, Neopentylglycol, Thiodiethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Pentaerythrit, Tris-(hydroxyethyl)-isocyanurat, N,N'-Bis-(hydroxyethyl)-oxalsäurediamid.

25 18. Ester der β -(3,5-Dicyclohexyl-4-hydroxyphenyl)-propionsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, wie z.B. mit Methanol, Octadecanol, 1,6-Hexandiol, Neopentylglycol, Thiodiethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Pentaerythrit, Tris-(hydroxyethyl)-isocyanurat, N,N'-Bis-(hydroxyethyl)-oxalsäurediamid.

30 19. Ester der β -(3,5-Dicyclohexyl-4-hydroxyphenyl)-propionsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, wie z.B. mit Methanol, Octadecanol, 1,6-Hexandiol, Neopentylglycol, Thiodiethylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Pentaerythrit, Tris-(hydroxyethyl)-isocyanurat, N,N'-Bis-(hydroxyethyl)-oxalsäurediamid.

35 20. Amide der β (3,5-Di-tert.butyl-4-hydroxyphenyl)-propionsäure, wie z.B. N,N'-Bis-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)-hexamethylendiamin, N,N'-Bis-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)-trimethylendiamin, N,N'-Bis-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)-hydrazin.

2. UV-Absorber und Lichtschutzmittel

35 21. 2-(2'-Hydroxyphenyl)-benztriazole, wie z.B. das 5'-Methyl-, 3',5'-Di-tert.butyl-, 5'-tert.Butyl-, 5'-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)-, 5-Chlor-3',5'-di-tert.butyl-, 5-Chlor-3'-tert.butyl-5'-methyl-, 3'-sec.Butyl-5'-tert.butyl, 4'-Octoxy-, 3',5'-Di-tert.aryl-, 3',5'-Bis-(α,α -dimethylbenzyl)-Derivat.

40 22. 2-Hydroxybenzophenone, wie z.B. das 4-Hydroxy-, 4-Methoxy-, 4-Octoxy-, 4-Decyloxy-, 4-Dodecyloxy-, 4-Benzylxy-, 4,2',4'-Trihydroxy-, 2'-Hydroxy-4,4'-dimethoxy-Derivat.

45 23. Ester von gegebenenfalls substituierten Benzoesäuren, wie z.B. 4-tert.Butyl-phenylsalicylat, Phenylsalicylat, Octylphenyl-salicylat, Dibenzoylresorcin, Bis-(4-tert.butyl benzoyl)-resorcin, Benzoylresorcin, 3,5-Di-tert.butyl-4-hydroxybenzoësäure-2,4-di-tert.butylphenylester, 3,5-Di-tert.butyl-4-hydroxybenzoësäurehexadecylester.

50 24. Acrylate, wie z.B. α -Cyan- β , β -diphenylacrylsäure-ethylester bzw. -isoctylester, α -Carbomethoxy-zimtsäuremethylester, α -Cyano- β -methyl-p-methoxy-zimtsäuremethyl ester bzw. -butylester, α -Carbomethoxy-p-methoxy-zimtsäure-methylester, N-(β -Carbomethoxy- β -cyanovinyl)-2-methyl-indolin.

55 25. Nickelverbindungen, wie z.B. Nickelkomplexe des 2,2'-Thio-bis-[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-phenols], wie der 1:1- oder der 1:2-Komplex, gegebenenfalls mit zusätzlichen Liganden, wie n-Butylamin, Triethanolamin oder N-Cyclohexyl-diethanolamin, Nickeldibutylthiocarbamat, Nickel-salze von 4-Hydroxy-3,5-di-tert.butylbenzylphosphonsäure-monoalkylestern, wie vom Methyl- oder Ethylester, Nickel-komplexe von Ketoximen, wie von 2-Hydroxy-4-methyl-phenyl-undecylketoxim, Nickelkomplexe des 1-Phenyl-4-lauroyl-5-hydroxy-pyrazols, gegebenenfalls mit zusätzlichen Liganden.

60 26. Sterisch gehinderte Amine, wie z.B. Bis-(2,2,6,6-tetramethyl-piperidyl)-sebacat, Bis-(1,2,2,6,6-penta-methylpiperidyl)-sebacat, n-Butyl-3,5-di-tert.butyl-4-hydroxybenzyl-malonsäure-bis(1,2,2,6,6-pentame-thylpiperidyl)-ester, Kondensationsprodukt aus 1-Hydroxyethyl-2,2,6,6-tetramethyl-4-hydroxypiperidin und Bernsteinsäure, Kondensationsprodukt aus N,N'-Bis-(2,2,6,6-Tetramethyl-4-piperidyl)-hexamethylendi-amid und 4-tert.Octylamino-2,6-dichlor-1,3,5-s-triazin, Tris-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)-nitrilotriacetat, Tetrakis-(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)-1,2,3,4-butantetraoat, 1,1'-(1,2-Ethandiyl)-bis-(3,3,5,5-tetramethyl-piperazinon).

65 27. Oxalsäurediamide, wie z.B. 4,4'-Di-octyloxy-oxanilid, 2,2'-Di-octyloxy-5,5'-di-tert.butyl-oxanilid, 2,2'-

Di-dodecyloxy-5,5'-di-tert.butyl-oxanilid, 2-Ethoxy-2'-ethyl-oxanilid, N,N'-Bis-(3-dimethylaminopropyl)-oxalamid, 2-Ethoxy-5-tert.butyl-2'-ethyloxanilid und dessen Gemisch mit 2-Ethoxy-2'-ethyl-5,4'-di-tert.butyl-oxanilid, Gemische von o- und p-Methoxy- sowie von o- und p-Ethoxy-di-substituierten OXANILIDEN.

2.8. 2-(2-Hydroxyphenyl)-1,3,5-triazine, wie z.B. 2,4,6-Tris(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4-octyloxyphenyl)-4,6-bis-(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2,4-Dihydroxyphenyl)-4,6-bis-(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2,4-Bis(2-hydroxy-4-propyloxyphenyl)-6(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4-octyloxyphenyl)-4,6-bis(4-methylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-Hydroxy-4-dodecyloxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimethylphenyl)-1,3,5-triazin.

3. Metalldesaktivatoren, wie z.B. N,N'-Diphenyloxalsäurediamid, N-Salicylal-N'-salicyloylhydrazin, N,N'-Bis-(salicyloyl)-hydrazin, N,N'-Bis-(3,5-di-tert.butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)-hydrazin, 3-Salicyloylamino-1,2,4-triazol, Bis-(benzyliden)-oxalsäure-dihydrazid.

4. Phosphite und Phosphonite, wie z.B. Triphenylphosphit, Diphenylalkylphosphite, Phenylalkylphosphite, Tris-(nonylphenyl)-phosphit, Trilaurylphosphit, Trioctadecylphosphit, Distearyl-pentaerythritdi-phosphit, Tris-(2,4-di-tert.butylphenyl)-phosphit, Diisodecylpentaerythrit-diphosphit, Bis-(2,4-di-tert.butylphenyl)-pentaerythritdiphosphit, Tristearyl-sorbit-triphosphit, Tetrakis-(2,4-di-tert.butylphenyl)-4,4'-biphenylen-diphosphonit, 3,9-Bis-(2,4-di-tert.butylphenoxy)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-diphosphaspiro-[5.5]-undecan.

5. Peroxidzerstörende Verbindungen, wie z.B. Ester der β -Thio-dipropionsäure, beispielsweise der Lauryl-, Stearyl-, Myristyl- oder Tridecylester, Mercaptobenzimidazol, das Zinksalz des 2-Mercaptobenzi-midazols, Zink-dibutyl-dithiocarbamat, Dioctadecyldisulfid, Pentaerythrit-tetrakis-(β -dodecylmercapto)-propionat.

6. Polyamidstabilisatoren, wie z.B. Kupfersalze in Kombination mit Jodiden und/oder Phosphorverbin-dungen und Salze des zweiwertigen Mangans.

7. Basische Co-Stabilisatoren, wie z.B. Melamin, Polyvinylpyrrolidon, Dicyandiamid, Triallylcyanurat, Harnstoff-Derivate, Hydrazin-Derivate, Amine, Polyamide, Polyurethane, Alkali- und Erdalkalisalze höhe-rer Fettsäuren, beispielsweise Ca-Stearat, Zn-Stearat, Mg-Stearat, Na-Ricinoleat, K-Palmitat, Antimon-brenzcatechinat oder Zinnbrenzcatechinat.

8. Nukleierungsmittel, wie z.B. 4-tert.Butylbenzoësäure, Adipinsäure, Diphenylessigsäure.

9. Füllstoffe und Verstärkungsmittel, wie z.B. Calciumcarbonat, Silikate, Glasfasern, Asbest, Talk, Kaolin, Glimmer, Bariumsulfat, Metalloxide und -hydroxide, Russ, Graphit.

10. Sonstige Zusätze, wie z.B. Weichmacher, Gleitmittel, Emulgatoren, Pigmente, Optische Aufheller, Flammenschutzmittel, Antistatika, Treibmittel.

Die herkömmlichen Additive werden beispielsweise in Konzentrationen von 0,01 bis 10 %, bezogen auf das Gesamtgewicht des zu stabilisierenden Materials, zugesetzt.

Die Einarbeitung der Verbindungen der Formel I sowie gegebenenfalls weiterer Additive in das polymere, organische Material erfolgt nach bekannten Methoden, beispielsweise vor oder während der Formgebung oder auch durch Aufbringen der gelösten oder dispergierten Verbindungen auf das polymere, organische Material, gegebenenfalls unter nachträglichem Verdunsten des Lösungsmittels. Die Verbindun-gen der Formel I können auch in Form eines Masterbatches, der diese beispielsweise in einer Konzentra-tion von 2,5 bis 25 Gew.-% enthält, den zu stabilisierenden Materialien zugesetzt werden.

Die Verbindungen der Formel I können auch vor oder während der Polymerisation oder vor der Vernetzung zugegeben werden.

Die Verbindungen der Formel I können in reiner Form oder in Wachsen, Oelen oder Polymeren verkapstelt in das zu stabilisierende Material eingearbeitet werden.

Die Verbindungen der Formel I können auch auf das zu stabilisierende Polymer aufgesprührt werden. Sie sind in der Lage, andere Zusätze (z.B. die oben angegebenen herkömmlichen Additive) bzw. deren Schmelzen zu verdünnen, so dass sie auch zusammen mit diesen Zusätzen auf das zu stabilisierende Polymer aufgesprührt werden können. Besonders vorteilhaft ist die Zugabe durch Aufsprühen während der Desaktivierung der Polymerisationskatalysatoren, wobei z.B. der zur Desaktivierung verwendete Dampf zum Versprühen verwendet werden kann.

Bei kugelförmig polymerisierten Polyolefinen kann es z.B. vorteilhaft sein, die Verbindungen der Formel I, gegebenenfalls zusammen mit anderen Additiven, durch Aufsprühen zu applizieren.

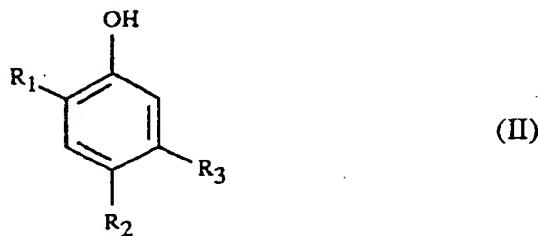
Eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist daher die Verwendung von Verbindun-gen der Formel I zum Stabilisieren von Polymeren gegen oxidativen, thermischen oder aktinischen Abbau, wobei die Verbindungen der Formel I auf das Polymer aufgesprührt werden.

Die so stabilisierten Materialien können in verschiedenster Form angewendet werden, z.B. als Folien, Fasern, Bändchen, Formmassen, Profile oder als Bindemittel für Lacke, Klebstoffe oder Kitte.

Die Verbindungen der Formel I können in Analogie zu bekannten Verfahren hergestellt werden;

beispielsweise durch Kondensation von Phenolen der Formel II,

5

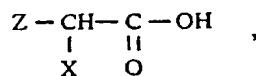


10

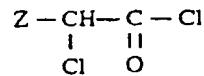
15

worin R₁, R₂ und R₃ die oben angegebene Bedeutung haben, mit 1 - 1,3 Mol Mandelsäure oder eines Mandelsäurederivats, wie in GB-A-2 042 562 beschrieben. An Stelle von Mandelsäure oder eines Mandelsäurederivats kann auch eine Verbindung der Formel III oder IV verwendet werden,

20



(III)



(IV)

25

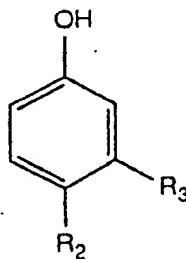
wobei Z die oben angegebene Bedeutung besitzt und X z.B. Acyloxy, Tolylsulfonyloxy oder Mesitylsulfonyloxy ist. Verwendet man eine Verbindung der Formel IV, so verfährt man zweckmäßig wie in Beispiel 3 der BE-A-881 496 beschrieben.

Die Umsetzungen werden bevorzugt in einem Temperaturbereich von 180-220 °C und bei einem Druck von 10 - 1013 mbar durchgeführt.

30

Die Verbindungen der Formel II können, sofern sie nicht im Handel erhältlich sind, in Analogie zu bekannten Verfahren hergestellt werden; beispielsweise durch katalytische Alkylierung von Phenolen der Formel

35



40

mit linearen α-Olefinen (C₁₃-C₃₀). Alkyliert wird vorwiegend in flüssiger Phase ohne Verwendung eines Lösungsmittels.

45

Als geeignete Katalysatoren seien genannt:

- a) Friedel-Crafts Katalysatoren wie z.B. Protonensäuren (Schwefelsäure, Phosphorsäure, p-Toluolsulfinsäure, etc.), anorganische Festkatalysatoren (säureaktivierende Bleicherden, z.B. Montmorillonit-Typen, Oxide des Aluminiums und Siliciums, etc.) und weitere Friedel-Crafts Katalysatoren (Bortrifluorid, Aluminiumchlorid, Eisen(III)-chlorid, Zinkchlorid, etc.).
- 50 b) o-selektive Katalysatoren wie z.B. Aluminiumphenolate und γ-Aluminiumoxid wie in US-A-3,367,981 und DE-B-1,142,873 beschrieben sowie andere Modifikationen des Aluminiumoxids.

Bevorzugt sind o-selektive Katalysatoren und besonders bevorzugt ist das in den oben angegebenen US-A und DE-B beschriebene aktive γ-Aluminiumoxid.

In Gegenwart von Friedel-Crafts Katalysatoren arbeitet man zweckmässigerweise unter "Normal-Druck" im Temperaturbereich von z.B. 30-150 °C. Bei der Alkylierung in Gegenwart von o-selektiven Katalysatoren ist es vorteilhaft, bei erhöhter Temperatur (ca. 200-350 °C) unter Druck (ca. 20-200 bar) zu arbeiten.

Nach der Alkylierung wird der Katalysator z.B. durch Auswaschen oder Filtration aus der Rohware entfernt, welche anschliessend destillativ gereinigt werden kann.

Die Verbindungen der Formel II können bei der Herstellung als Isomerengemisch anfallen, welches z.B. mit Hilfe von chromatographischen Methoden, insbesondere Gaschromatographie und Hochdruckflüssigchromatographie (HPLC), aufgetrennt werden kann. Es ist aber möglich, das Isomerengemisch bei der Herstellung der Verbindungen der Formel I einzusetzen, so dass die Verbindungen der Formel I auch als Isomerengemisch anfallen. Dieses Isomerengemisch der Verbindungen der Formel I kann, falls erforderlich, aufgetrennt werden oder auch direkt zur Stabilisierung von organischen Materialien gegen oxidativen, thermischen oder aktinischen Abbau verwendet werden.

Für die Herstellung der Verbindungen der Formel II können auch handelsübliche Oleingemische ($H_2C=CH-CH_2-A_1$, worin A_1 z.B. $C_{13}-C_{17}$ -Alkyl, $C_{17}-C_{21}$ -Alkyl oder $C_{21}-C_{27}$ -Alkyl bedeutet) eingesetzt werden.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung weiter. Teil- und Prozentangaben beziehen sich darin, soweit nichts anderes angegeben ist, auf das Gewicht.

15 Beispiel 1: Herstellung der Verbindung 3-Phenyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on.

4,8 g (31,5 mMol) Mandelsäure und 10,4 g (30 mMol) 1-Hexadecylethylphenol werden zusammen unter reduziertem Druck (13,3 mbar) während ca. 8 h auf 190-200 °C erhitzt. Dabei wird das bei der Reaktion entstehende Wasser abdestilliert. Nach Beendigung der Umsetzung wird das Reaktionsprodukt über Kieselgel (Hexan) filtriert und anschliessend mit kaltem Hexan behandelt. Das Produkt besitzt einen Schmelzpunkt von 60-62 °C und liegt als weisses Pulver vor.
Die Ausbeute beträgt 7 g (= 50 % der Theorie).

25

| Elementaranalyse | | |
|------------------|------------|-----------|
| Berechnet: | C 83,06 %; | H 10,02 % |
| Gefunden: | C 83,04 %; | H 10,02 % |

30

Beispiele 2-5:

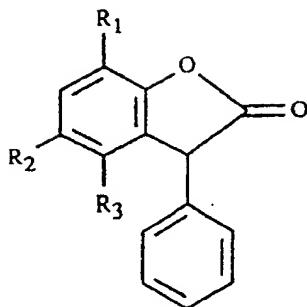
35 Die Herstellung der in Tabelle 1 angegebenen Verbindungen erfolgt in Analogie zu Beispiel 1.

40

45

50

55

Tabelle 1:

15

| | Bei- spiel | R ₁ | R ₂ | R ₃ | Smp. | Elementaranalyse |
|----|---------------|-------------------|-----------------------------------|------------------|-------|--|
| 20 | 2 | 1-Hexa-decylethyl | -H | -CH ₃ | Oel | ber.: C 83,14 %; H 10,15 % gef.: C 83,11 %; H 10,33 % |
| 25 | 3 | 1-Hexa-decylethyl | -CH ₃ | -H | 42 °C | ber.: C 83,14 %; H 10,15 % gef.: C 83,43 %; H 10,33 % |
| 30 | 4 | 1-Dodecyl-ethyl | -CH ₃ | -H | Oel | ber.: C 82,81 %; H 9,59 % gef.: C 82,88 %; H 9,76 % |
| | 5 | 1-Hexa-decylethyl | -C(CH ₃) ₃ | -H | Oel | ber.: C 83,34 %; H 10,49 % gef.: C 83,47 %; H 10,47 % |

35 Beispiel 6: Stabilisierung von Polypropylen.

1,3 kg Polypropylenpulver (Schmelzindex: 3,2 g/10 min, gemessen bei 230 °C/2,16 kg) werden mit 0,05 % Kalziumstearat, 0,05 % Tetrakis[3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl]propionyloxymethyl]methan und 0,05 % des in Tabelle 2 angegebenen Stabilisators vermischt. Diese Mischung wird in einem Extruder mit einem Zylinderdurchmesser von 20 mm und einer Länge von 400 mm bei 100 Umdrehungen pro Minute extrudiert, wobei die 3 Heizzonen auf 260 °C, 270 °C und 280 °C eingestellt sind. Das Extrudat wird zur Kühlung durch ein Wasserbad gezogen und anschliessend granuliert. Das erhaltene Granulat wird ein zweites und drittes Mal extrudiert. Nach diesen 3 Extrusionen wird der Schmelzindex bei 230 °C/2,16 kg gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 aufgeführt.

45

50

55

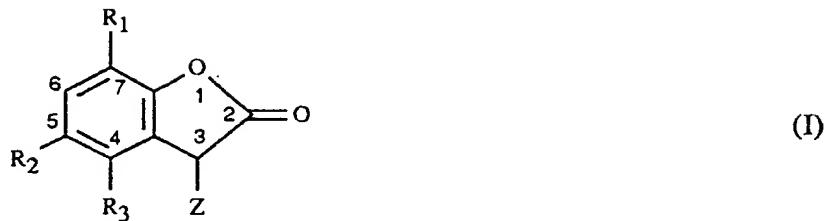
Tabelle 2:

| Verbindung aus Beispiel Nr. | Schmelzindex ^{a)} [g.10 min] bei 230 °C, 2,16 kg |
|-----------------------------|---|
| — | 17,2 |
| 1 | 4,6 |
| 2 | 5,9 |
| 3 | 4,5 |
| 4 | 4,3 |

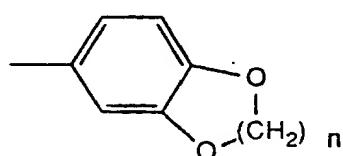
^{a)}Kleine Werte bedeuten eine gute Stabilisierung.

Ansprüche

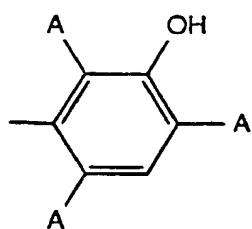
1. Verbindungen der Formel I,



worin R_1 C_{13} - C_{20} -Alkyl bedeutet, R_2 Wasserstoff, C_1 - C_{10} -Alkyl, C_5 - C_{12} -Cycloalkyl, durch C_1 - C_4 -Alkyl substituiertes C_5 - C_7 -Cycloalkyl, Phenyl oder C_7 - C_{12} -Phenylalkyl ist, R_3 Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl bedeutet und Z Phenyl, durch C_1 - C_8 -Alkyl, C_1 - C_4 -Alkoxy oder Chlor substituiertes Phenyl, eine Gruppe



mit n gleich 1 oder 2 oder eine Gruppe



ist, worin die Reste A unabhängig voneinander C_1 - C_8 -Alkyl, Methoxy oder Ethoxy bedeuten.

2. Verbindungen gemäss Anspruch 1, worin R_1 C_{13} - C_{20} -Alkyl bedeutet und Z Phenyl ist.

3. Verbindungen gemäss Anspruch 1, worin Z Phenyl ist.

4. Verbindungen gemäss Anspruch 1, worin R_1 C_{14} - C_{18} -Alkyl ist.

5. Verbindungen gemäss Anspruch 1, worin R₂ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, Cyclohexyl, Phenyl oder Benzyl bedeutet.

6. Verbindungen gemäss Anspruch 1, worin R₂ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeutet.

7. Verbindungen gemäss Anspruch 1, worin R₃ Wasserstoff oder Methyl bedeutet.

5 8. Verbindungen gemäss Anspruch 1, worin R₁ C₁₄-C₁₈-Alkyl ist und R₂ und R₃ unabhängig voneinander Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeuten.

9. Die Verbindungen
 3-Phenyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on,
 3-Phenyl-5-methyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on,
 10 3-Phenyl-5-methyl-7-(1'-dodecylethyl)benzofuran-2-on,
 3-Phenyl-5-tert-butyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on und
 3-Phenyl-4-methyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on gemäss Anspruch 1.

10. Die Verbindung
 3-Phenyl-5-methyl-7-(1'-dodecylethyl)benzofuran-2-on gemäss Anspruch 1.

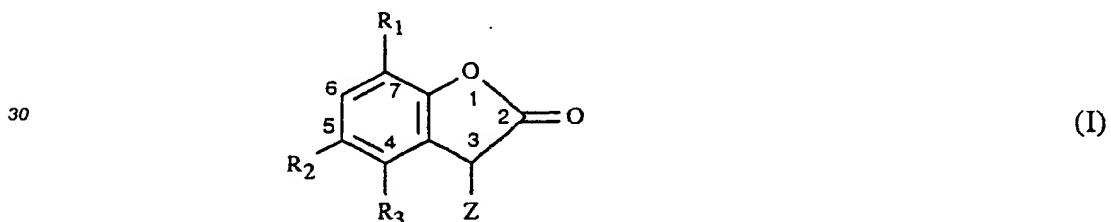
15 11. Zusammensetzung enthaltend ein gegen oxidativen, thermischen oder aktinischen Abbau empfindliches organisches Material und mindestens eine Verbindung gemäss Anspruch 1.

12. Verwendung von Verbindungen gemäss Anspruch 1 zum Stabilisieren eines organischen Materials gegen oxidativen, thermischen oder aktinischen Abbau.

13. Verwendung gemäss Anspruch 12, wobei das organische Material ein Polymer ist und die Verbindungen gemäss Anspruch 1 auf dieses Polymer aufgesprüht werden.

Patentansprüche für folgenden Vertragsstaat: ES

1. Zusammensetzung enthaltend ein gegen oxidativen, thermischen oder aktinischen Abbau empfindliches
 25 organisches Material und mindestens eine Verbindung der Formel I,



35
 worin R₁ C₁₃-C₃₀-Alkyl bedeutet, R₂ Wasserstoff, C₁-C₁₀-Alkyl, C₅-C₁₂-Cycloalkyl, durch C₁-C₄-Alkyl substituiertes C₅-C₇-Cycloalkyl, Phenyl oder C₇-C₁₂-Phenylalkyl ist, R₃ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeutet und Z Phenyl, durch C₁-C₈-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder Chlor substituiertes Phenyl, eine Gruppe

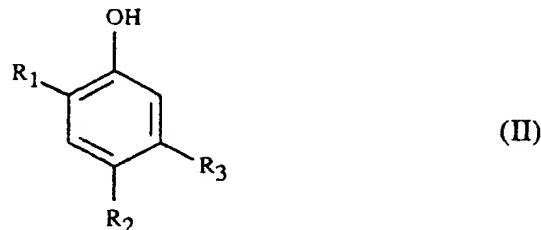


mit n gleich 1 oder 2 oder eine Gruppe



ist, worin die Reste A unabhängig voneinander C₁-C₈-Alkyl, Methoxy oder Ethoxy bedeuten.

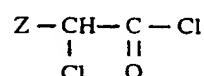
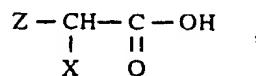
2. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin R₁ C₁₃-C₂₀-Alkyl bedeutet und Z Phenyl ist.
3. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin Z Phenyl ist.
4. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin R₁ C₁₄-C₁₈-Alkyl ist.
5. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin R₂ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, Cyclohexyl, Phenyl oder Benzyl bedeutet.
6. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin R₂ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeutet.
7. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin R₃ Wasserstoff oder Methyl bedeutet.
8. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin R₁ C₁₄-C₁₈-Alkyl ist und R₂ und R₃ unabhängig voneinander Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeuten.
9. Zusammensetzung gemäss Anspruch 1, worin die Verbindung der Formel I
3-Phenyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on,
3-Phenyl-5-methyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on,
3-Phenyl-5-methyl-7-(1'-dodecylethyl)benzofuran-2-on,
10. 3-Phenyl-5-tert-butyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on oder
3-Phenyl-4-methyl-7-(1'-hexadecylethyl)benzofuran-2-on ist.
11. Verfahren zum Stabilisieren von organischem Material gegen oxidativen, thermischen oder aktinischen Abbau, dadurch gekennzeichnet, dass in das organische Material mindestens eine Verbindung der Formel I gemäss Anspruch 1 eingearbeitet wird.
12. Verfahren gemäss Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Material ein Polymer ist und die Verbindung der Formel I auf dieses Polymer aufgesprüht wird.
13. Verfahren zum Herstellen von Verbindungen der Formel I gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein Phenol der Formel II



mit einer Verbindung der Formel



45 oder einer Verbindung der Formel III oder IV



(III)

(IV)

umgesetzt wird, wobei R₁, R₂, R₃ und Z die in Anspruch 1 angegebenen Bedeutungen besitzen und X Acetoxy, Tolsulfonyloxy oder Mesylsulfonyloxy ist.

55



(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 415 887 A3**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 90810637.0

(51) Int. Cl.⁵: **C07D 307/83, C07D 407/04,
C08K 5/15**

(22) Anmeldetag: **22.08.90**

(30) Priorität: **31.08.89 CH 3153/89**

(71) Anmelder: **CIBA-GEIGY AG**
Klybeckstrasse 141
CH-4002 Basel(CH)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.03.91 Patentblatt 91/10

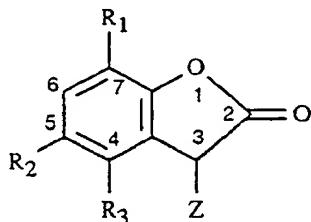
(72) Erfinder: **Dubs, Paul, Dr.**
Route du Confin 14
CH-1723 Marly(CH)
Erfinder: **Pitteloud, Rita, Dr.**
Sur le Village
CH-1724 Praroman(CH)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE ES FR GB IT NL SE

(88) Veröffentlichungstag des später veröffentlichten
Recherchenberichts: **25.09.91 Patentblatt 91/39**

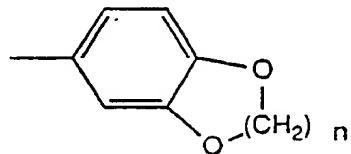
(54) **3-Phenylbenzofuran-2-one.**

(57) Die neuen Verbindungen der Formel I



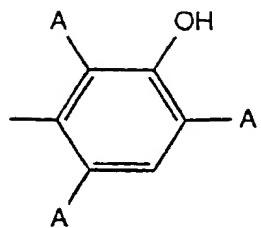
(I),

worin R₁ C₁₃-C₂₀-Alkyl bedeutet, R₂ Wasserstoff, C₁-C₁₀-Alkyl, C₅-C₁₂-Cycloalkyl, durch C₁-C₄-Alkyl substituiertes C₅-C₇-Cycloalkyl, Phenyl oder C₇-C₁₂-Phenylalkyl ist, R₃ Wasserstoff oder C₁-C₄-Alkyl bedeutet und Z Phenyl, durch C₁-C₈-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy oder Chlor substituiertes Phenyl, eine Gruppe



mit n gleich 1 oder 2 oder eine Gruppe

EP 0 415 887 A3



ist, worin die Reste A unabhängig voneinander C₁-C₈-Alkyl, Methoxy oder Ethoxy bedeuten, eignen sich zum Stabilisieren von organischem Material gegen oxidativen, thermischen und aktinischen Abbau.



EUROPÄISCHER
RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 90 81 0637

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE

| Kategorie | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile | Betritt Anspruch | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5) | | |
|---|--|------------------|---|--|--|
| D,Y | WO-A-8 001 566 (SANDOZ AG) * Ansprüche 1,2; Seite 1, Absatz 1; Seite 30, Tabelle 1, Beispiele 8,11; Seite 34, Tabelle 2, Beispiel 53; Zusammenfassung * | 1-8,11,12 | C 07 D 307/83 C 07 D 407/04 C 08 K 5/15 | | |
| Y | EP-A-0 034 749 (AGFA-GEVAERT AG) * Seite 11, Beispiel 3; Seite 14, Beispiel 18; Zusammenfassung * | 1-8,11,12 | | | |
| RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int. Cl.5) | | | | | |
| C 07 D 307/00 C 07 D 407/00 C 08 K 5/00 | | | | | |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt | | | | | |
| Recherchenort | Abschlußdatum der Recherche | Prüfer | | | |
| Den Haag | 12 Juni 91 | PAISDOR B. | | | |
| KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE | | | | | |
| X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet | E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmelde datum veröffentlicht worden ist | | | | |
| Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie | D : in der Anmeldung angeführtes Dokument | | | | |
| A : technologischer Hintergrund | L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument | | | | |
| O : nichtschriftliche Offenbarung | & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument | | | | |
| P : Zwischenliteratur | | | | | |
| T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze | | | | | |

THIS PAGE BLANK (USPTO)